

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(11)Publication number : 2003-007660****(43)Date of publication of application : 10.01.2003****(51)Int.Cl.****H01L 21/304
B24B 37/00****(21)Application number : 2001-191374****(71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD****(22)Date of filing : 25.06.2001****(72)Inventor : OMORI YOSHIKAZU****(54) CMP ABRASIVE AND SUSTRATE-POLISHING METHOD****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a CMP abrasive which enables polishing of a silicon oxide film to a high planarity and a high speed, without flaws, has a high stability, facilitates process control and is suited for planarizing a shallow trench isolating insulation film, and a substrate polishing method which is available for polishing the silicon oxide film to high planarity and a high speed, without flaws, and suited for planarizing the shallow trench isolating insulation film.

SOLUTION: The CMP abrasive for semiconductor insulation films contains cerium oxide grains, a dispersant, polyvinyl pyrrolidone and water. The substrate polishing method comprises pressing a substrate, having a film to be polished to a polishing cloth of a polishing turn and grinding the film with the CMP abrasive fed between the film to be polished and with the polishing cloth, while the substrate is moved relative to the turntable.

(51)Int.Cl. ⁷		識別記号	F I	テ-マコ-ト ⁷ (参考)	
H 0 1 L	21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D	3 C 0 5 8
B 2 4 B	37/00		B 2 4 B 37/00	H	
審査請求 未請求 請求項の数5 O L （全 6 頁）					
(21)出願番号	特願2001－191374(P2001－191374)		(71)出願人	000004455 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号	
(22)出願日	平成13年6月25日(2001.6.25)		(72)発明者	大森 義和 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化 成工業株式会社山崎事業所内 Fターム(参考) 3C058 AA07 CB01 CB02 CB03 CB10 DA02 DA12 DA17	

(54)【発明の名称】 CMP研磨材および基板の研磨方法

(57)【要約】

【課題】 酸化珪素膜の研磨を傷がなく、高平坦、高速に行うことができ、かつ安定性が高く、プロセス管理も容易に行うことができ、シャロートレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適なCMP研磨材及び酸化珪素膜の研磨を傷がなく、高平坦、高速に行うことができ、シャロー・トレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適な基板の研磨方法を提供する。

【解決手段】 酸化セリウム粒子、分散剤、ポリビニルピロリドン及び水を含む半導体絶縁膜用CMP研磨材並びに研磨する膜を形成した基板を研磨定盤の研磨布に押し当て、前記CMP研磨材を研磨膜と研磨布との間に供給しながら基板と研磨定盤を相対的に移動させて研磨する膜を研磨する基板の研磨方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 レーザー回折法により測定したD50体積%の粒子径が100～300nm及びD99体積%の粒子径が400～700nmである酸化セリウム粒子、分散剤、ポリビニルピロリドン及び水を含む半導体絶縁膜用CMP研磨材。

【請求項2】 ポリビニルピロリドンの添加量が、酸化セリウム粒子100重量部に対して1～400重量部である請求項1記載のCMP研磨材。

【請求項3】 ポリビニルピロリドンの重量平均分子量が10,000～上1,200,000である請求項1又は2記載のCMP研磨材。

【請求項4】 pHが6.5～10である請求項1～3のいずれかに記載のCMP研磨材。

【請求項5】 研磨する膜を形成した基板を研磨定盤の研磨布に押し当て、請求項1～4のいずれかに記載のCMP研磨材を研磨膜と研磨布との間に供給しながら基板と研磨定盤を相対的に移動させて研磨する膜を研磨する基板の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体素子製造技術である基板表面の平坦化工程、特に、シャロー・トレンチ分離の形成工程において使用されるCMP研磨材及びこれらCMP研磨材を使用した基板の研磨方法に関する。

【0002】

【従来の技術】現在の超々大規模集積回路では、実装密度を高める傾向にあり種々の微細加工技術が研究、開発されている。既にデザインルールは、サブハーフミクロンのオーダーになっている。このような厳しい微細化の要求を満足するために開発されている技術の一つにCMP（ケミカルメカニカルポリッシング）技術がある。この技術は、半導体装置の製造工程において、露光を施す層を完全に平坦化し、露光技術の負担を軽減し、歩留まりを安定させることができるため、例えば、層間絶縁膜、BPSG膜の平坦化、シャロー・トレンチアイソレーション分離等を行う際に必須となる技術である。

【0003】従来、半導体装置の製造工程において、プラズマCVD（Chemical Vapor Deposition、化学的蒸着法）、低圧CVD等の方法で形成される酸化珪素絶縁膜等無機絶縁膜層を平坦化するためのCMP研磨材として、フュームドシリカ系の研磨材が一般的に検討されてきた。フュームドシリカ系の研磨材は、シリカ粒子を四塩化珪酸に熱分解する等の方法で粒成長させ、pH調整を行って製造している。しかしながら、このような研磨材は無機絶縁膜の研磨速度が十分な速度を持たず、実用化には低研磨速度という技術課題があった。

【0004】デザインルール0.5μm以上の世代で

は、集積回路内の素子分離にLOCOS（シリコン局所酸化）が用いられてきた。その後さらに加工寸法が微細化すると素子分離幅の狭い技術が要求され、シャロー・トレンチ分離が用いられつつある。シャロー・トレンチ分離では、基板上に成膜した余分の酸化膜を除くためにCMPが使用され、研磨を停止させるために、酸化珪素膜の下に研磨速度の遅いストッパ膜が形成される。ストッパ膜には窒化珪素などが使用され、酸化珪素膜とストッパ膜との研磨速度比が大きいことが望ましい。

【0005】一方、フォトマスクやレンズ等のガラス表面研磨材として、酸化セリウム研磨材が用いられている。酸化セリウム粒子はシリカ粒子やアルミナ粒子に比べ硬度が低く、研磨表面に傷が入りにくいことから、仕上げ鏡面研磨に有用である。また、酸化セリウムは強い酸化剤として知られるように化学的活性な性質を有している。この利点を活かし高速研磨が可能な化学機械研磨材への適用が有用である。しかしながら現在使用されている酸化セリウム系研磨材は高速研磨が可能であるが、絶縁膜表面に多くの傷がついてしまう。

20 【0006】

【発明が解決しようとする課題】請求項1～4記載の発明は、酸化珪素膜の研磨を高平坦、高速に行うことができ、かつ研磨傷がつかないシャロー・トレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適なCMP研磨材を提供するものである。請求項5記載の発明は、酸化珪素膜の研磨を高平坦、高速に行うことができ、かつ研磨傷がつかないシャロー・トレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適な基板の研磨方法を提供するものである。

【0007】

30 【課題を解決するための手段】本発明は、次のものに関する。

（1） レーザー回折法により測定したD50体積%の粒子系が100～300nm及びD99体積%の粒子系が400～700nmである酸化セリウム粒子、分散剤、ポリビニルピロリドン及び水を含む半導体絶縁膜用CMP研磨材。

（2） ポリビニルピロリドンの添加量が、酸化セリウム粒子100重量部に対して1～400重量部である

（1）記載のCMP研磨材。

40 （3） ポリビニルピロリドンの重量平均分子量が10,000～上1,200,000である（1）又は（2）記載のCMP研磨材。

（4） pHが6.5～10である（1）～（3）のいずれかに記載のCMP研磨剤。

（5） 研磨する膜を形成した基板を研磨定盤の研磨布に押し当て、（1）～（4）のいずれかに記載のCMP研磨材を研磨膜と研磨布との間に供給しながら基板と研磨定盤を相対的に移動させて研磨する膜を研磨する基板の研磨方法。

50 【0008】

【発明の実施の形態】本発明における酸化セリウム粒子は、炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩、しゅう酸塩のセリウム化合物を酸化することによって得られる。酸化は、例えば、焼成（350～900℃）や過酸化水素等の使用により行える。酸化して得られた酸化セリウム粒子は通常凝集しているため、機械的に粉碎することが好ましい。粉碎方法として、ジェットミル等による乾式粉碎や遊星ビーズミル等により湿式粉碎法が好ましい。ジェットミルは、例えば化学工業論文第6巻第5号（1980）527～532頁に説明されている。

【0009】酸化セリウム粒子の結晶子径は、高速研磨、傷を少なくする点から、5～300nmであることが好ましい。また、半導体チップ研磨に使用することから、アルカリ金属及びハロゲン類の含有率は酸化セリウム粒子中10ppm以下に抑えることが好ましい。

【0010】本発明のCMP研磨材の酸化セリウム粒子の濃度は、取り扱いやすさから、0.5～20重量%の範囲が好ましい。

【0011】本発明の分散剤としては、例えば、共重成分としてアクリル酸アンモニウム塩を含む高分子分散剤、水溶性陰イオン性分散剤、水溶性非イオン性分散剤、水溶性陽イオン性分散剤、水溶性両性分散剤等が挙げられる。これらは、単独で又は2種以上を組み合わせで使用できる。

【0012】上記共重成分としてアクリル酸アンモニウム塩を含む高分子分散剤としては、例えば、ポリアクリル酸アンモニウム、アクリル酸アルキルとアクリル酸との共重合体のアンモニウム塩等が挙げられ、水溶性陰イオン性分散剤としては、例えば、ラウリル硫酸トリエタノールアミン、ラウリル硫酸アンモニウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、特殊ポリカルボン酸型高分子分散剤等が挙げられ、水溶性非イオン性分散剤としては、例えば、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン誘導体、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンスルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタントリステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタントリオレエート、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリエチレングリコールモノステアレート、ポリエチレングリコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノオレエート、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン

硬化ヒマシ油、アルキルアルカノールアミド等が挙げられ、水溶性陽イオン性分散剤としては、例えば、ポリビニルピロリドン、ココナットアミンアセテート、ステアリルアミンアセテート等が挙げられ、水溶性両性分散剤としては、例えば、ラウリルベタイン、ステアリルベタイン、ラウリルジメチルアミノオキサイド、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシルエチルイミダゾリニウムベタイン等が挙げられる。

【0013】これらの分散剤添加量は、分散性、沈降防止、研磨傷等の点から、酸化セリウム粒子100重量部に対して、0.01～2.0重量部の範囲が好ましい。

【0014】分散剤の重量平均分子量（ゲルパーミエーションクロマトグラフにより測定し標準ポリスチレン換算した値、以下も同じ）は、100～50,000が好ましく、1,000～10,000がより好ましい。分散剤の重量平均分子量が100未満の場合は、酸化珪素膜あるいは窒化珪素膜を研磨するとき、研磨速度が不十分となる傾向があり、分散剤の重量平均分子量が50,000を超えた場合は、粘度が高くなり、CMP研磨材の保存安定性が低下する傾向がある。

【0015】酸化セリウム粒子を水中に分散させる方法としては、通常の攪拌機による分散処理の他に、ホモジナイザー、超音波分散機、湿式ボールミル等を用いることができる。

【0016】スラリーに分散される酸化セリウムのレーザー回折法により測定したD50体積%の粒子径は100～300nmが好ましく、D99体積%の粒子径は400～700nmが好ましい。酸化セリウムのD50体積%の粒子径が100nm未満、又はD99体積%の粒子径が400nm未満であれば、SiO₂絶縁膜等の被研磨面を高速に研磨することができ難くなる傾向があり、D50体積%の粒子径が300nmを超える又はD99体積%の粒子径が700nmを超えると、SiO₂絶縁膜等の被研磨面に傷が発生しやすくなる。

【0017】酸化セリウムの粒子径の測定は、レーザー回折式粒度分布計（屈折率：1.93、吸収0）を用いて測定した。測定装置としては例えば、MALVERN社製MASTERSIZER（商品名）を使用することができる。

【0018】また、D50体積%の粒子径は、体積粒子径分布の中央値であり粒子径の細かいものからその粒子の体積割合を積算していき50%になったときの粒子径を意味する。すなわち、ある区間Δの粒子径の範囲に体積割合Vi%の量の粒子が存在するとき、区間Δの平均粒子径をdiとすると粒子径diの粒子がVi体積%存在するとする。粒子径diの小さい方から粒子の存在割合Vi（体積%）を積算していき、Vi=50%になったときのdiをD50体積%の粒子径とする。また、Vi=99%になったときのdiをD99体積%の粒子径とする。

【0019】本発明のCMP研磨材には、ポリビニルピロリドンが含まれる。ポリビニルピロリドン添加量は、酸化セリウム100重量部に対して、1～400重量部の範囲が好ましく、1～100重量部の範囲がより好ましく、1～10重量部の範囲が特に好ましい。1重量部未満であると高平坦化特性が不十分となる傾向があり、400重量部を超えると研磨速度が低下し、スループットが低下する傾向がある。

【0020】またポリビニルピロリドンの重量平均分子量は、10,000～1,200,000が好ましい。10,000未満であると平坦化特性が不十分となる傾向があり、2,000,000を超えると酸化セリウム粒子が凝集しやすくなる傾向がある。

【0021】本発明のCMP研磨材には、酸化セリウム粒子、分散剤、ポリビニルピロリドン及び水をほぼ一度に混合して調製しこれを使用してもよいが、凝集による粒径分布変化等の経時変化がないため、酸化セリウム粒子、分散剤及び水からなる酸化セリウムスラリーと、ポリビニルピロリドン及び水からなる添加剤とを別々に調製しておいて、使用前にこれらを混ぜてCMP研磨材を作製することもできる。

【0022】CMP研磨材で基板を研磨する際に、添加液は、酸化セリウムスラリーと別途に研磨定盤上に供給して研磨定盤上で混合するか、研磨直前に酸化セリウムスラリーと混合してそれを供給するか、研磨直前より前にあらかじめ酸化セリウムスラリーに混合しておきそれを研磨定盤上に供給する方法がとられる。高平坦、高速研磨の点から、CMP研磨材のpHは、6.5～10であることが好ましい。

【0023】本発明のCMP研磨材により研磨できる無機絶縁膜の作製方法として、低圧CVD法、プラズマCVD法等が挙げられる。

【0024】低圧CVD法による酸化珪素膜形成は、Si源としてモノシラン： SiH_4 、酸素源として酸素： O_2 を用いる。この $\text{SiH}_4 - \text{O}_2$ 系酸化反応を400℃以下の低温で行わせることにより得られる。場合によっては、CVD後1000℃またはそれ以下の温度で熱処理される。高温リフローによる表面平坦化を図るためにリン：Pをドーピングするときには、 $\text{SiH}_4 - \text{O}_2 - \text{PH}_3$ 系反応ガスを用いることが好ましい。

【0025】プラズマCVD法は、通常の熱平衡下では高温を必要とする化学反応が低温でできる利点を有する。プラズマ発生法には、容量結合型と誘導結合型の2つが挙げられる。反応ガスとしては、Si源として SiH_4 、酸素源として N_2O を用いた $\text{SiH}_4 - \text{N}_2\text{O}$ 系ガスとテトラエトキシシラン（TEOS）をSi源に用いた $\text{TEOS} - \text{O}_2$ 系ガス（TOES-プラズマCVD法）が挙げられる。基板温度は250℃～400℃、反応圧力は67～400Paの範囲が好ましい。このように、本発明の酸化珪素膜にはリン、ホウ素等の元素がド

ープされていても良い。

【0026】同様に、低圧CVD法による窒化珪素膜形成は、Si源としてジクロルシラン： SiH_2Cl_2 、窒素源としてアンモニア： NH_3 を用いる。この $\text{SiH}_2\text{Cl}_2 - \text{NH}_3$ 系酸化反応を900℃の高温で行わせることにより得られる。プラズマCVD法は、反応ガスとしては、Si源として SiH_4 、窒素源として NH_3 を用いた $\text{SiH}_4 - \text{NH}_3$ 系ガスが挙げられる。基板温度は300℃～400℃が好ましい。

【0027】シャロー・トレンチ分離に本発明のCMP研磨材を使用するには、研磨する膜（酸化珪素膜）が、研磨する膜の下地凹凸段差の1.0～1.2倍である膜厚を有することが好ましく、1.0～1.1倍がより好ましい。膜厚が下地凹凸段差の1.2倍を越えると、研磨時間が極端に長くなり、スループットが低下傾向にある。

【0028】また、研磨の停止制御が容易な点から、酸化珪素膜研磨速度と窒化珪素研磨速度の比、酸化珪素研磨速度／窒化珪素研磨速度が10以上であることが好ましい。この比が10未満では、酸化珪素研磨速度と窒化珪素研磨速度の差が小さく、シャロー・トレンチ分離をする際、所定の位置で研磨を停止することが困難となる傾向がある。

【0029】研磨装置としては、半導体基板を保持するホルダーと研磨布（パッド）を貼り付けた（回転数を変更可能なモータ等を取り付けてある）定盤を有する一般的な研磨装置が使用できる。研磨布としては、一般的な不織布、発泡ポリウレタン、他孔質フッ素樹脂などが使用でき、特に制限がない。また、研磨布にはCMP研磨材がたまるような溝加工を施すことが好ましい。研磨条件に制限はないが、定盤の回転速度は半導体基板が飛び出さないように200 min^{-1} 以下の低回転が好ましく、半導体基板にかける圧力は研磨後に傷が発生しないように 9.8×10^4 Pa以下が好ましい。研磨している間、研磨布にはスラリーをポンプ等で連続的に供給する。この供給量に制限はないが、研磨布の表面が常にスラリーで覆われていることが好ましい。

【0030】研磨終了後の半導体基板は、流水中で良く洗浄後、スピンドライヤ等を用いて半導体基板上に付着した水滴を払い落としてから乾燥させることが好ましい。

【0031】本発明のCMP研磨材は、半導体用基板等の基板に形成された酸化珪素膜だけでなく、所定の配線を有する配線板等の基板に形成された酸化珪素膜、ガラス、窒化珪素等の無機絶縁膜、ポリシリコン、Al、Cu、Ti、TiN、W、Ta、TaN等を主として含有する膜、フォトマスク・レンズ・プリズム等の光学ガラス、ITO等の無機導電膜、ガラス及び結晶質材料で構成される光集積回路・光スイッチング素子・光導波路、光ファイバーの端面、シンチレータ等の光学用単結晶、

固体レーザ単結晶、青色レーザLED用サファイヤ基板、SiC、GaP、GaAs等の半導体単結晶、磁気ディスク用ガラス基板、磁気ヘッド等を研磨することができる。

【0032】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明する。

【0033】実施例1

(1) 酸化セリウム粒子の調製

炭酸セリウム水和物4kgを白金容器に入れ、800℃で2時間空気中で焼成することにより黄白色の粉末を約2kg得た。この粉末をX線回折法で相同定を行ったところ酸化セリウムであることを確認した。焼成粉末粒子径は30~100μmであった。焼成粉末粒子表面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、酸化セリウムの粒界が観察された。粒界に囲まれた酸化セリウム一次粒子径を測定したところ、体積分布の中央値が190nm、最大値が500nmであった。酸化セリウム粉末2kgをジェットミルを用いて乾式粉碎を行った。粉碎粒子について走査型電子顕微鏡で観察したところ、一次粒子径と同等サイズの小さな粒子の他に、1~3μmの大きな粉砕残り粒子と0.5~1μmの粉砕残り粒子が混在していた。多結晶粒子は、単結晶の粒子の凝集体ではなかった。

【0034】(2) 研磨材の調製

上記(1)で得られた酸化セリウム粒子1kgとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)23gと脱イオン水8977gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られたスラリーを3ミクロンフィルターでろ過した後に0.5ミクロンフィルターでろ過をし、さらに脱イオン水を加えることにより5重量%スラリーを得た。スラリーpHは8.3であった。スラリーを適当な濃度に希釈しレーザー回折式粒度分布計で測定したところ、D50体積%の粒子径が190nm、D99体積%の粒子径が500~600nmであった。

【0035】上記の酸化セリウムスラリー(固形分:5重量%)600gと添加剤として重量平均分子量25,000のポリビニルピロリドン水溶液(2重量%)225gと脱イオン水2175gを混合して、界面活性剤を添加した酸化セリウム研磨剤(固形分:1重量%)を作成した。その研磨剤pHは8.2であった。また、研磨剤中の粒子をレーザー回折式粒度分布計で測定するために、適当な濃度に希釈して測定した結果、D50体積%の粒子径が190nm、D99体積%の粒子径が500~600nmであった。

【0036】(シャロートレンチ分離用絶縁膜の研磨) 表面に10nmの酸化珪素膜がついた直径200mmSi基板上に、低圧CVD法で窒化珪素膜を90nm形成する。この基板上にレジストを形成し、マスクを介して露光、次いで現像して、60×60μmのレジストのない部分を形成する。次に、反応性イオンエッチングによ

り上記基板のレジストのない部分の窒化珪素膜、酸化珪素膜、珪素をエッチングしてトレンチを形成し、この後レジストを除去した。こうしてできたパターンウエハの凹凸段差(トレンチ深さ)は380nmであった。

【0037】このパターンウエハ上に、TEOS-プラズマCVD法で、酸化珪素膜を凹凸段差の1.2倍である460nm形成した。ウエハ取り付け用の吸着パッドを貼り付けたホルダーに上記パターンウエハをセットし、多孔質ウレタン樹脂製の研磨パッドを貼り付けた直径600mmの定盤上に絶縁膜面を下にしてホルダーを載せ、さらに加工荷重30kPaに設定した。定盤上に上記の酸化セリウム研磨材(固形分:1重量%)を200ml/minの速度で滴下しながら、定盤及びウエハをそれぞれ35min⁻¹及び34min⁻¹で4分間回転させ酸化珪素膜を研磨した。

【0038】研磨後のウエハを純水で良く洗浄後、乾燥した。干渉式膜厚測定装置を用いてトレンチ部分とそれ以外の部分の膜厚を測定した。トレンチ部分の酸化珪素膜厚は360nmであり、トレンチ以外の部分の酸化珪素膜は、完全に研磨されて膜がなくなっており、下地の窒化珪素膜厚は89nmであった。したがって、研磨は所定の位置である窒化膜表面まで進行しており、トレンチ部分の酸化膜表面は窒化膜の下端より高い状態にある。また、光学式顕微鏡を用いてウエハ表面を観察したところ、明確な傷は見られなかった。

【0039】比較例

(1) 研磨剤の調製

上記実施例(1)で得られた酸化セリウム粒子1kgとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)23gと脱イオン水8977gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られたスラリーを1ミクロンフィルターでろ過をし、さらに脱イオン水を加えることにより5重量%スラリーを得た。スラリーpHは8.3であった。スラリーを適当な濃度に希釈しレーザー回折式粒度分布計で測定したところ、D50体積%の粒子径が190nm、D99体積%の粒子径が1000~1100nmであった。

【0040】上記の酸化セリウムスラリー(固形分:5重量%)600gと添加剤として重量平均分子量25,000のポリビニルピロリドン水溶液(2重量%)225gと脱イオン水2175gを混合して、界面活性剤を添加した酸化セリウム研磨材(固形分:1重量%)を作成した。その研磨剤pHは8.2であった。また、研磨剤中の粒子をレーザー回折式粒度分布計で測定するために、適当な濃度に希釈して測定した結果、D50体積%の粒子径が190nm、D99体積%の粒子径が1000~1100nmであった。

【0041】(シャロートレンチ分離用絶縁膜の研磨) 表面に10nmの酸化珪素膜がついた直径200mmSi基板上に、低圧CVD法で窒化珪素膜を90nm形成

する。この基板上にレジストを形成し、マスクを介して露光、次いで現像して、 $60 \times 60 \mu\text{m}$ のレジストのない部分を形成する。次に、反応性イオンエッチングにより上記基板のレジストのない部分の窒化珪素膜、酸化珪素膜、珪素をエッチングしてトレンチを形成し、この後レジストを除去した。こうしてできたパターンウエハの凹凸段差（トレンチ深さ）は 380 nm であった。

【0042】このパターンウエハ上に、TEOS-プラズマCVD法で、酸化珪素膜を凹凸段差の1.2倍である 460 nm 形成した。ウエハ取り付け用の吸着パッドを貼り付けたホルダーに上記パターンウエハをセットし、多孔質ウレタン樹脂製の研磨パッドを貼り付けた直径 600 mm の定盤上に絶縁膜面を下にしてホルダーを載せ、さらに加工荷重 30 kPa に設定した。定盤上に上記の酸化セリウム研磨材（固形分：1重量%）を 200 ml/min の速度で滴下しながら、定盤及びウエハをそれぞれ 35 min^{-1} 及び 34 min^{-1} で4分間回転させ酸化珪素膜を研磨した。

【0043】研磨後のウエハを純水で良く洗浄後、乾燥した。干渉式膜厚測定装置を用いてトレンチ部分とそれ

以外の部分の膜厚を測定した。トレンチ部分の酸化珪素膜厚は 340 nm であり、トレンチ以外の部分の酸化珪素膜は、完全に研磨されて膜がなくなっており、下地の窒化珪素膜厚は 87 nm であった。したがって、研磨は所定の位置である窒化膜表面まで進行しており、トレンチ部分の酸化膜表面は窒化膜の下端より高い状態にある。また、光学顕微鏡を用いてウエハ表面を観察したところ、ウエハあたり37個の $0.2 \mu\text{m}$ 以上の傷が観察された。

【0044】

【発明の効果】請求項1～4記載のCMP研磨剤は、酸化珪素膜の研磨を傷がなく、高平坦、高速に行うことができ、かつ安定性が高く、プロセス管理も容易に行うことができ、シャロートレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適なものである。請求項5記載の基板の研磨方法は、酸化珪素膜の研磨を傷がなく高平坦、高速に行うことができ、かつ安定性が高く、プロセス管理も容易に行うことができ、シャロートレンチ分離用絶縁膜の平坦化に好適なものである。